

# T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷

Diethyl amino methyl triethoxy silane

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国石油和化学工业联合会发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：潜江宜生新材料有限公司，北京国化新材料技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：

征求意见稿

## 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

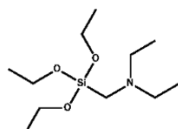
### 1 范围

本文件规定了二乙胺基甲基三乙氧基硅烷的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以一氯甲基三乙氧基硅烷为原料，与二乙胺反应经精馏提纯制得的二乙胺基甲基三乙氧基硅烷。

分子式： $C_{11}H_{27}NO_3Si$ 。

结构式：



相对分子质量：249.42（按2022年国际相对原子质量）

CAS号：15180-47-9

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定

GB/T 6678 化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 技术要求

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷技术要求应符合表1的规定。

表1 技术要求

项目	指标	
	优等品	合格品
外观	无色至淡黄色透明液体，无可见机械杂质	
二乙胺基甲基三乙氧基硅烷，w/%	≥90	≥85
氯化物（以Cl <sup>-</sup> 计）/（mg/kg）	≤60	≤100
密度（20℃）/（g/cm <sup>3</sup> ）	0.89~0.91	
折光率，n <sub>D</sub> （25℃）	1.414~1.418	

## 5 试验方法

### 5.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂及GB/T 6682规定的三级水。所用标准滴定溶液、制剂及制品，均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

### 5.2 外观

取50mL样品，置于100mL干燥的具塞比色管内，日光灯或自然光下横向观察。

### 5.3 密度

按GB/T 4472-2011中4.3.3密度计法的规定进行。

### 5.4 折光率

按GB/T 6488的规定进行。

### 5.5 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷含量的测定

#### 5.5.1 方法提要

气相色谱法。在选定的色谱条件下，试样经汽化通过色谱柱，使其中的各组分分离。用火焰离子化检测器（FID）检测，以峰面积归一化法定量。

#### 5.5.2 试剂

5.5.2.1 氮气或氦气：体积分数大于99.995%，使用前经硅胶或活性炭干燥。

5.5.2.2 氢气：体积分数大于99.995%，使用前经硅胶或活性炭干燥。

5.5.2.3 空气：经硅胶、分子筛干燥、净化。

#### 5.5.3 仪器

5.5.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。整机灵敏度和稳定性符合GB/T 9722的规定，线性范围满足分析要求。

5.5.3.2 记录仪：色谱工作站。

5.5.3.3 进样器：1μL注射器或自动进样器。

#### 5.5.4 色谱柱及典型操作条件

推荐的色谱柱和色谱条件见表2。典型色谱图和各组份保留时间见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项目	参数
毛细管色谱柱	30m×0.32mm×0.25μm（柱长×柱内径×膜厚）
固定相	二甲基聚硅氧烷
柱管材质	熔融石英

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件（续）

汽化室温度/°C	250
检测器温度/°C	270
柱箱温度/°C	初始温度100°C保持1min，以20°C/min升温到270°C保持10min
进样量/ $\mu$ L	0.5
载气	N <sub>2</sub> 或He
载气流速/(mL/min)	1
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	30:1

### 5.5.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表2所列色谱操作条件调试仪器，稳定后用注射器或自动进样器进样分析，以峰面积归一化法定量。

### 5.5.6 结果计算

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷的质量分数 $w_1$ 按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_1$ ——二乙胺基甲基三乙氧基硅烷的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果，两次平行测定结果绝对差值应不大于0.5%。

## 5.6 氯化物（以Cl<sup>-</sup>计）的测定

### 5.6.1 方法提要

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷与水按质量比1:9混合、溶解，使用电位滴定法测定二乙胺基甲基三乙氧基硅烷的氯离子含量。

### 5.6.2 仪器及试剂

5.6.2.1 电位滴定仪。

5.6.2.2 磁力搅拌器。

5.6.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.6.2.4 硝酸溶液：1+1。

### 5.6.3 试样前处理

在烧杯中量取45mL水，向其中准确称取5g左右样品（精确至0.0001g）。以150 r/min的速度搅拌30 min，使二乙胺基甲基三乙氧基硅烷完全溶解于水中。

### 5.6.4 试样的测定

向处理好的样品中滴加5滴硝酸溶液进行酸化。在杯中插入参比电极，测量电极，启动仪器开始滴定。滴定至终点时，记录消耗的硝酸银标准滴定溶液体积V。

同时进行空白试验。

### 5.6.5 结果计算

氯化物 $w_{\text{Cl}^-}$ （以Cl<sup>-</sup>计）以mg/kg表示，按式（2）计算：

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{c_{\text{AgNO}_3} \times (V - V_0) \times 0.03545}{m} \times 10^6 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度的数值，mol/L；

V ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，mL；

$V_0$  ——空白滴定所消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，mL；

m ——试样的质量的数值，g；

0.03545 ——与1.00mL硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=1.000\text{mol/L}]$ 相当的以克表示的氯化物（以Cl<sup>-</sup>计）的质量。

### 5.6.6 允许差

取两次测定的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的相对偏差应不大于10%。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

以相同原料，同一工艺生产的一釜产品为一批，每批最大量不超过10t。

### 6.2 采样

按照GB/T 6678、GB/T 6680的规定采样，采样量不少于500g，分别装入两个干燥的样品瓶中，粘贴标签，注明产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。一份用于检验，一份保存备查。

### 6.3 出厂检验

本文件第4章规定的所有项目均为出厂检验项目。

### 6.4 判定规则

检验结果的判定按GB/T 8170中的修约值比较法进行。所有检验结果符合本文件第4章的技术要求，则该批产品判为合格。当检验结果有任何指标项不符合本文件表1的要求时，应重新至两倍量的包装单元中采样进行复检，复检结果如仍有指标项不符合本文件要求，则判该批产品不合格。

## 7 包装、标志、运输和贮存

### 7.1 标志

7.1.1 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷包装容器上的标志，应符合GB/T 191的规定。

7.1.2 每批出厂产品均应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、型号、产品质量检验结果或检验结论、生产厂家名称、生产日期、批号、地址、电话号码、净重、保质期和本文件编号。

### 7.2 包装

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷应装在清洁、干燥、密封良好的塑料包装桶或衬塑铁桶中，常用规格为10L、20L、25L、50L、100L、200L。也可在符合安全规定下按客户要求包装。

### 7.3 运输

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷产品在运输、装卸工作过程，应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，防止日晒雨淋，应按照货物运输规定进行。

### 7.4 贮存

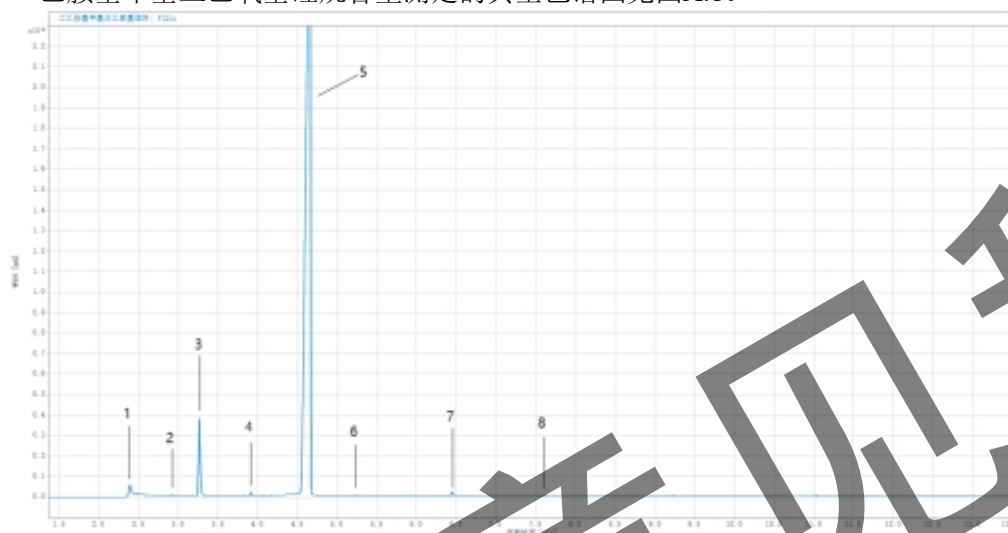
二乙胺基甲基三乙氧基硅烷应贮存在通风、阴凉、干燥处，不得靠近热源；严禁日晒、雨淋和接触腐蚀性物质。产品自生产之日起，贮存期为6个月。

## 附录 A (规范性)

### 附录 A 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷含量测定的典型色谱图和各组分保留时间

#### A.1 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷含量测定的典型色谱图

二乙胺基甲基三乙氧基硅烷含量测定的典型色谱图见图A.1。



标引序号说明：

- 1——二乙胺；
- 2——未知杂质；
- 3——正硅酸乙酯；
- 4——未知杂质；
- 5——二乙胺基甲基三乙氧基硅烷；
- 6——未知杂质；
- 7——未知杂质；
- 8——未知杂质。

图A.1 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷含量测定的典型色谱图

#### A.2 各组分的保留时间

各组分的保留时间见表A.1。

表A.1 各组分保留时间

峰序号	组分名称	保留时间 (min)
1	二乙胺	2.367
2	未知杂质	2.469
3	正硅酸乙酯	3.243
4	未知杂质	3.900
5	二乙胺基甲基三乙氧基硅烷	4.658
6	未知杂质	5.237
7	未知杂质	6.450
8	未知杂质	7.609

## 附录 B

(规范性)

## 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷的安全信息

## B.1 基本信息

## B.1.1 物质名称

B.1.1.1 中文名：二乙胺基甲基三乙氧基硅烷

B.1.1.2 分子式： $C_{11}H_{27}NO_3Si$ 

## B.2 危险性说明

B.2.1 二乙胺基甲基三乙氧基硅烷可能引起眼睛、皮肤及呼吸系统刺激，造成眼睛、皮肤及呼吸系统伤害。

B.2.2 遇高热、明火引起燃烧，并释放有毒气体。

B.2.3 包装容器遇高热内压增大，有开裂危险。

## B.3 预防措施

B.3.1 远离明火、高热，避免曝晒。

B.3.2 戴防护手套、穿防护服、戴防护眼罩、戴防护面具等，作业后彻底清洗，处理后彻底洗手，不要触摸眼睛。

## B.4 应对措施

B.4.1 眼睛接触：分开眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗。立即就医。

B.4.2 食入：立即用清水漱口，禁止催吐。立即就医。

B.4.3 吸入：将伤者转移到空气新鲜处，保持呼吸舒适体位。立即就医。

B.4.4 皮肤接触：立即脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。如有不适感，就医。

B.4.5 适用灭火剂：用水雾、干粉、泡沫或二氧化碳灭火剂灭火。避免使用直流水灭火，直流水可能导致可燃性液体的飞溅，使火势扩散。